2.3.13 Методы определения кислотного числа флюса

1 Область применения Данный метод испытания объединяет 2 метода для определения кислотного числа флюса типа L, M или H.

Метод A является методом потенциометрического титрования, а атк же может рассматриваться в качестве эталонного метода лабораторного исследования.

Метод B является альтернативным, методом титрования.

2 Используемая документация

ISO 9455 методы испытания с нанесением мягкого припоя во время процесса пайки.

IPC-TM-650 руководство по проведению методов испытаний.

IPC J-STD-004 требования, предъявляемые к флюсам, используемым во время процесса пайки.

3 Испытуемые образцы Необходимо использовать минимум 2.0 гр жидкого флюса, 10 гр паяльной пасты, 150 гр покрытой проволоки или 10 гр припоя.

4 Приборы и реактивы

4.1 Общие понятия

4.1.1 Рекомендуется использовать только известные реактивы и только деонизированную воду.

4.1.2 Использование обычных лабораторных приборов.

4.2 Для проведения метода потенциометрического титрования (метод A)

4.2.1 Тетрабутиловый гидроксид аммония, 0.1 M (0.1 моль/л). Применяется наиболее приемлемое и выгодное коммерческое решение, при помощи разжижения прапанолом-2. Так же можно использовать альтернативное решение, смешивая концентрированное вещество с прапанолом и стандартизовать решение, связанное с точно взвешенным количеством бензойной кислоты (примерно 0.5 гр), растворенной в демитилформамиде, предварительно нейтрализованной до голубого цвета.

4.2.2 Пропанол 2. Нейтрализован при помощи использования титробутилового гидроксида аммония до розового цвета, используя в качестве индикатора фенолфталеин.

4.2.3 Этанол, безводный. Нейтрализован при помощи использования титробутилового гидроксида аммония до розового цвета, используя в качестве индикатора фенолфталеин.

4.2.4 Толуол. Нейтрализован при помощи использования титробутилового гидроксида аммония до розового цвета, используя в качестве индикатора фенолфталеин.

4.2.5 Смесь на основе этанола и толуола. Смесь эквивалентна объемам нейтрализованного безводного этанола и нейтрализованного толуола.

4.2.6 Индикатор фенолфталеина.

4.2.7 Милливольтметр или измеритель кислотности.

4.2.8 Электрод класса.

4.2.9 Насыщенный капельный каломельный или с хлоридом серебра электрод.

4.2.10 Магнитная или механическая мешалка с приводами различных скоростей.

2.4.11 Бюретка, способная доставлять части 0.1 мл до 1.0 мл.

4.3 Для метода титрования с видимыми конечными результатами (метод В)

4.3.1 Безводный этанол. Нейтрализуется вместе с гидроксидом кадия и 0.1 М спирта до розового оттенка, используя в качестве индикатора фенолфталеин.

4.3.2 Толуол. Нейтрализуется вместе с гидроксидом кадия и 0.1 М спирта до розового оттенка, используя в качестве индикатора фенолфталеин.

4.3.3 Смесь на основе этанола и толуола. Смесь эквивалентна объемам нейтрализованного безводного этанола и нейтрализованного толуола.

4.3.4 Пропанол - 2. Нейтрализуется вместе с гидроксидом кадия и 0.1 М спирта до розового оттенка, используя в качестве индикатора фенолфталеин.

4.3.5 Гидрооксид калия с содержанием 0.1 М спиртового раствора. Рекомендуется использовать имеющийся стандарт, разбавляя его этанолом. Кроме того, можно подготовить приблизительный раствор гидрооксида калия путем разбавления 3+/-0,1 гр гидроксида калия в 500 мл этанола, а так же стандартизовать данное решение для получения точного веса бензойной кислоты (около 0.5гр), разбавленной этанолом.

4.3.6 Использование фенолфталеина. Добавьте к 1гр фенолфталеина приблизительно 50 мл метилового спирта. При разбавлении, требуется разбавлять 100 мл метилового спирта.

5 Порядок выполнения действий

5.1 Метод потенциометрического титрования (метод А)

5.1.1 При помощи проведения предварительных испытаний необходимо определить можно ли растворить образец в растворе пропанола-2, безводного этанола, толуола или смеси на основе этанола и толуола. Если же образец нельзя растворить полностью любым веществом, необходимо выбрать один, который больше всего растворяет данный образец. Если же образец одинаково растворяется во всех 4-х веществах, то рекомендуется использовать нейтрализованный пропанол-2.

5.1.2 Проведите следующую процедуру три раз с использованием образца флюса.

5.1.2.1 Взвесьте с точностью около 0,001гр от 2 до 5 жидких образцов флюса, соблюдая последовательность действий с целью предотвращения потери летучих веществ, которое может произойти во время взвешивания. Образец наибольшего размера (5гр) необходимо применять для флюсов с очень малым содержанием твердых веществ. Переместите взвешенный образец в 250 мл химический стакан.

5.1.2.2 Разбавьте образец до 100 мл с раствором пропанола-2 или любым другим выбранным растворителем, согласно характеристикам растворяемости флюса. Накройте стеклом, а затем растворите флюс.

5.1.2.3 Разместите химический стакан на станине титрометрического сборочного узла с электродами, смесителем и бюреткой. Отрегулируйте скорость смесителя для получения сильного взбалтывания без разбрызгивания. Протитруйте с 0.1 моль тетробутилового гидроксида аммония, добавляя по 1.0 мл и фиксируя уровень pH после каждой присадки. Когда достигнут последний шаг, необходимо сократить добавки титранового раствора до 0.1 мл и продолжать использовать титрантовую пасту.

5.1.2.4 Составьте диаграмму pH или вероятных величин по отношению к значениям титрованного раствора для получения титрованной кривой. Точка перегиба кривой соответствует конечной точке титрования.

Примечание: Проведите вычисления, используя реактивы только для сравнительных целей.

5.1.2.1 Проведите следующую процедуру три раз с использованием образца флюса.

5.2 Наглядное титрование (Метод В)

5.2.1 При помощи проведения предварительных испытаний необходимо определить можно ли растворить образец в растворе пропанола-2, безводного этанола, толуола или смеси на основе этанола и толуола. Если же образец нельзя растворить полностью любым веществом, необходимо выбрать один, который больше всего растворяет данный образец. Если же образец одинаково растворяется во всех 4-х веществах, то рекомендуется использовать нейтрализованный пропанол-2.

5.2.2 проведите следующую процедуру три раз с использованием образца флюса.

5.2.2.1 Взвесьте достаточно большое количество образца флюса с точностью до 0,001 гр , что соответствует приблизительно 1 гр нелетучего вещества, соблюдая порядок действий в случае, чтобы образцы жидкого флюса предотвращали потерю летучего вещества во время взвешивания.

5.2.2.2 Переместите взвешенный образец в соответствующую стеклянную колбу или химический стакан, а затем добавьте 100 мл выбранного растворителя. Мешайте до тех пор, пока образец не раствориться на столько, на сколько это может быть возможным. Не подогревайте.

5.2.2.3 Добавьте 3 капли фенолфтолиина и титрант с содержанием 0.1 моль гидроксид калия, пока розовый цвет не распространиться по всей поверхности титранового раствора за 15 сек.

5.2.2.4 Проведите следующую процедуру три раз с использованием образца флюса.

5.3 Подсчет результатов Кислотное число выражается в миллиграммах гидроксида калия за 1 гр нелетучего вещества, не зависимо от щелочи, используемой в титранового раствора.

5.3.1 Кислотное число вычисляется по следующей формуле: (56,11VM)/mS

где:

V – число, выраженное в мл используемой щелочи (гидроксид тетрабутилового аммония для метода А, гидроксид калия для метода В).

М – молярность используемой щелочи.

m – масса в гр, выбранного образца.

S – процентное содержание нелетучих веществ, выраженное дробью и определенное, как описано в стандарте ТМ-650б метод испытания 2.3.34.

5.3.2 Кислотное число флюса при проведении испытаний вычисляется, как значение результатов, полученных с каждого из 3х проведенных испытаний образцов.

6 Примечание

6.1 Безопасность Просмотрите все меры предосторожности для используемых в испытаниях химических веществ.



ASSOCIATION CONNECTING ELECTRONICS INDUSTRIES ®

2215 Sanders Road
Northbrook, IL 60062-6135

IPC-TM-650 TEST METHODS MANUAL

Метод определения кислотного числа флюса

Number	
2.3.13	
Subject	
Determination of Acid Value of Liquid Solder Flux - Potentiometric and Visual Titration Methods	
Date	Revision
06/04	**A**
Originating Task Group	
Flux Specifications Task Group (5-24a)	

1 Scope This test method specifies two methods for the determination of the acid value of a flux of type L, M or H.

Method A is a potentiometric titration method and is to be considered the reference method.

Method B is an alternative, visual end-point, titration method.

2 Applicable Documents

ISO 9455 Soft Soldering Fluxes, Test Methods

IPC-TM-650 Test Methods Manual

2.3.34 Solids Content, Flux

IPC J-STD-004 Requirements for Soldering Fluxes

3 Test Specimen A minimum of 2.0 grams of liquid flux, 10 grams of solder paste, 150 grams of cored wire or 10 grams of solder preforms.

4 Apparatus and Reagents

4.1 General

4.1.1 Use only reagents of recognized analytical quality and only deionized water.

4.1.2 Ordinary laboratory apparatus.

4.2 For Potentiometric Titration Method (Method A)

4.2.1 Tetrabutyl ammonium hydroxide, 0.1 M (0.1 mole/L). Use a commercially available standard solution or one prepared from a commercially available concentrated standard solution by dilution with 2-propanol (4.2.2). Alternatively, prepare a 0.1 M tetrabutyl ammonium hydroxide solution by diluting a commercial concentrated solution with 2-propanol and standardize this solution against an accurately weighed amount of benzoic acid (about 0.5 g) dissolved in dimethylformamide, previously neutralized to thymol blue.

4.2.2 2-Propanol. Neutralized with tetrabutyl ammonium hydroxide solution (4.2.1) to a faint pink color using phenolphthalein as an indicator.

4.2.3 Ethanol, anhydrous. Neutralized with tetrabutyl ammonium hydroxide solution (4.2.1) to a faint pink color using phenolphthalein as an indicator.

4.2.4 Toluene. Neutralized with tetrabutyl ammonium hydroxide solution (4.2.1) to a faint pink color using phenolphthalein as an indicator.

4.2.5 Ethanol/toluene mixture. Mix equal volumes of the neutralized anhydrous ethanol (4.2.3) and neutralized toluene (4.2.4).

4.2.6 Phenolphthalein Indicator.

4.2.7 Millivoltmeter or pH meter.

4.2.8 Glass electrode.

4.2.9 Saturated calomel, or silver chloride/silver, electrode.

4.2.10 Magnetic or mechanical stirrer with variable speed drive.

4.2.11 Burette capable of delivering aliquots of 0.1 ml to 1.0 ml.

4.3 For Titration with Visual End-Point (Method B)

4.3.1 Ethanol, anhydrous. Neutralized with potassium hydroxide, 0.1 M in alcohol (4.3.5), to a faint pink color using phenolphthalein as an indicator.

4.3.2 Toluene. Neutralized with potassium hydroxide, 0.1 M in alcohol (4.3.5), to a faint pink color using phenolphthalein as an indicator.

4.3.3 Ethanol/toluene mixture. Mix equal volumes of the neutralized anhydrous ethanol (4.3.1) and neutralized toluene (4.3.2).

4.3.4 2-Propanol. Neutralized with potassium hydroxide, 0.1 M in alcohol (4.3.5), to a faint pink color using phenolphthalein as an indicator.

4.3.5 Potassium hydroxide solution, 0.1 M in alcohol. Use a commercially available standard solution or one prepared from a commercially available concentrated standard solution by dilution with ethanol (4.3.1). Alternatively, prepare an approximate 0.1 M potassium hydroxide solution by dissolving 3 ± 0.1 g potassium hydroxide (KOH) in 500 ml of ethanol (4.3.1), and standardize this solution against an accurately weighed amount of benzoic acid (about 0.5 g) dissolved in ethanol (4.3.1).

4.3.6 Phenolphthalein indicator solution. Add 1g of phenolphthalein to approximately 50 ml methanol and mix. When dissolved, dilute to 100 ml with methanol and mix.

5 Procedures

5.1 Potentiometric Titration (Method A)

5.1.1 By preliminary experiments, determine whether the sample is soluble in 2-propanol, anhydrous ethanol, toluene or the ethanol/toluene mixture. If the sample is not completely soluble in any of these solvents, select the one in which the sample appears to be the most soluble. If the sample is equally soluble in all four solvents, then use neutralized 2-propanol (4.2.2).

5.1.2 Carry out the following procedure, in triplicate, on the flux sample.

5.1.2.1 Weigh, to the nearest 0.001 g, 2 to 5 g of the liquid flux sample, taking steps to prevent loss of volatile matter during the weighing. The larger size (≈5 g) sample is required for very low solids fluxes. Transfer the weighed sample to a 250 ml low form beaker.

5.1.2.2 Dilute the sample to 100 ml with 2-propanol (4.2.2), or the selected solvent (4.2.3 to 4.2.5), according to the solubility characteristics of the flux. Cover with a watch glass and dissolve the flux by gentle agitation.

5.1.2.3 Place the beaker on the stand of the titration assembly with the electrodes, stirrer and burette in position. Adjust the speed of the stirrer to give vigorous stirring without splashing. Titrate with the 0.1 M tetrabutyl ammonium hydroxide solution (4.2.1), adding 1.0 ml portions and recording the pH or mV meter reading after each addition. As the end-point is approached, reduce the additions of titrant to 0.1 ml and continue titrating past the end-point.

5.1.2.4 Plot the pH or potential values against the volume of titrant added to obtain the titration curve. The point of inflection of the curve corresponds to the end-point of the titration.

Note: The point of inflection of the curve may conveniently be determined by using the derivative curve.

5.1.2.5 Carry out a blank determination, using reagents only, for comparison purposes.

5.2 Visual Titration (Method B)

5.2.1 By preliminary experiments, determine whether the sample is soluble in 2-propanol, anhydrous ethanol, toluene or the ethanol/toluene mixture. If the sample is not completely soluble in any of these solvents, select the one in which the sample appears to be the most soluble. If the sample is equally soluble in all four solvents, then use neutralized ethanol (4.3.1) as the selected solvent.

5.2.2 Carry out the following procedure, in triplicate, on the flux sample.

5.2.2.1 Weigh, to the nearest 0.001 g, sufficient flux sample to correspond to approximately 1 g of nonvolatile matter (see IPC-TM-650, Test Method 2.3.34), taking steps in the case of liquid flux samples to prevent loss of volatile matter during the weighing.

5.2.2.2 Transfer the weighed sample to a suitable flask or beaker and add 100 ml of the selected solvent. Stir until the sample has dissolved as completely as possible. Do not heat.

5.2.2.3 Add three drops of phenolphthalein indicator solution (4.3.6) and titrate with the 0.1 M potassium hydroxide solution (4.3.5) until a faint pink color persists throughout the titrated solution for 15 seconds.

5.2.2.4 Carry out a blank determination, using reagents only, for comparison purposes.

5.3 Calculation of Results The acid value is expressed in milligrams of potassium hydroxide per gram of nonvolatile matter, regardless of the alkali used to perform the titration.

5.3.1 The acid value (expressed in milligrams of potassium hydroxide per gram of nonvolatile matter) is given by:

$$\frac{56.11\,VM}{mS}$$

Where:

V is the volume, in ml, of alkali used (tetrabutyl ammonium hydroxide for Method A, potassium hydroxide for Method B).

M is the molarity of the alkali used.

m is the mass, in grams, of the sample taken.

S is the percentage nonvolatile matter, expressed as a fraction, determined as described in IPC-TM-650, Test Method 2.3.34.

5.3.2 The acid value of the flux under test is calculated as the mean of the results obtained on each of the three test samples.

6 Notes

6.1 Safety Observe all appropriate precautions on MSDS for chemicals involved in this test method.